

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 01-194916

(43)Date of publication of application : 04.08.1989

(51)Int.Cl.

B01D 39/20
C04B 38/00
F01N 3/02

(21)Application number : 63-014651

(71)Applicant : IBIDEN CO LTD

(22)Date of filing : 27.01.1988

(72)Inventor : TSUKADA KIYOTAKA

(54) PRODUCTION OF SILICON CARBIDE HONEYCOMB FILTER

(57)Abstract:

PURPOSE: To enhance collection efficiency of fine particles by sealing the end part of prescribed through-hole of a molded honeycomb form consisting of silicon carbide powder having specified particle diameter with a specified stopping material and thereafter sintering it under the nonoxidative atmosphere.

CONSTITUTION: A molded honeycomb form is molded of a starting raw material consisting of silicon carbide powder having 1W200, μ m mean particle diameter as a main body. The end part of a prescribed through-hole of this molded honeycomb form is sealed with a stopping material consisting of a starting raw material which is constituted of silicon carbide powder having mean particle diameter not larger than 5, μ m and incorporating at least 30wt.% particle of particle diameter not larger than 1, μ m as a main body. Then a silicon carbide-base honeycomb filter is produced by sintering the sealed molded honeycomb form in the nonoxidative atmosphere. This filter has excellent airtightness and does not allow an effluent such as discharge gas nonpermeative through a partition to flow outside and the collection efficiency of fine particles is extremely enhanced.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平1-194916

⑬ Int. Cl.

機別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成1年(1989)8月4日

B 01 D 39/20
C 04 B 38/00
F 01 N 3/02

3 0 3

D-6703-4D
Z-8818-4C

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全7頁)

⑮ 発明の名称 炭化ケイ素質ハニカム状フィルターの製造方法

⑯ 特 願 昭63-14851

⑰ 出 願 昭63(1988)1月27日

⑱ 発 明 者 塚 田 輝 代 陸 岐阜県大垣市河間町214番地 イビデン株式会社河間工場内

⑲ 出 願 人 イビデン株式会社 岐阜県大垣市神田町2丁目1番地

⑳ 代 理 人 弁理士 澤 国 隆

明 細 書

1. 発明の名称

炭化ケイ素質ハニカム状フィルターの製造方法

2. 特許請求の範囲

平均粒径が1-200 μ mの炭化ケイ素粉末を主体とする出発原料を成形しハニカム状成形体を得る第1工程；

前記ハニカム状成形体の所定の貫通孔の端部を、平均粒径が5 μ m以下で、かつ、粒径1 μ m以下の粒子が少なくとも30重量割合含まれている炭化ケイ素粉末を主体とする出発原料からなる塗材により目封止する第2工程；

前記目封止したハニカム状成形体を非酸化性雰囲気中で焼結せしめる第3工程；

とからなることを特徴とする炭化ケイ素質ハニカム状フィルターの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔発明の目的〕

〔産業上の利用分野〕

本発明は炭化ケイ素質ハニカム状フィルターの

製造方法に関し、更に詳しくは、微粒子の捕集効率が高くて、耐熱性・耐酸化性にも優れた炭化ケイ素質ハニカム状フィルターの製造方法に関する。

〔従来の技術〕

薄い隔壁を介して往の流路に互なる複数の貫通孔を有するハニカム状成形体の一方の端部を例えば縦溝一つおきに塗材を充填して封止し、この封止した貫通孔に隣接している貫通孔の他端部に塗材を充填して封止した多孔質隔壁からなるセラミック質のハニカム状フィルターは、自動車用のディーゼルエンジンを初めとして各種燃焼機器の排ガス中に含まれる微粒子を捕集して浄化する排ガス浄化装置として知られている。

かかるハニカム状フィルターは、従来は一般にコーゼライト、アルミナ、シリカ、ムライトといったセラミック材により製造されていたが、これらの酸化物は融点が1300-1800℃と比較的低いため、これらの物質よりなるハニカム状フィルターは、1000℃以上の高温条件下で使

用されると変形を生じたり、あるいは、ディーゼルエンジンの排ガス中に含まれる炭素微粒子がフィルター内で燃焼された場合に、熱伝導率が低い上記物質よりなるハニカム状フィルターは、フィルター内に局部的に蓄熱が生じその部分が損傷してしまうという欠点がある。そこで、近時は、2300℃以上の高融点を有し熱的安定性に極めて優れた炭化ケイ素を主成分として製造したハニカム状フィルターが開発されている。

ところで、ハニカム状フィルターは、通常、いずれの場合であってもハニカム状成形体の貫通孔の端部隔壁に検材が密着して目封止されていなければ、隔壁を通過しない排ガスがそのまゝ外部に突出してしまうことになりフィルターとしての機能を損なうことになる。また、フィルター内は、上記したように極めて高温であるため、ハニカム状成形体のみでなく、当然、検材も優れた耐熱性が要求される。

従来、炭化ケイ素を主成分としたハニカム状成形体の所定の貫通孔の端部に検材を密着させる方

と促したため、フィルター内がそれより高温になると熔融してしまい、検材と隔壁との密着性が損なわれ、その結果フィルター全体としての耐熱性が劣ると共に、微粒子捕集効率が低下してしまうという問題がある。

第2の方法の場合には、粗大粒子を使っているため、焼成時のハニカム状成形体の収縮量よりも検材の収縮量の方が大きくなり、貫通孔を構成している隔壁との間に隙間を生じ微粒子の捕集効率が劣ってしまうという問題がある。

第3の方法の場合には、多孔性の再結晶炭化理素体を成形体の検材として使用しているので、再結晶化の際に隔壁の一部が再結晶化されてしまい多孔性が損なわれ、その結果フィルターとしての性能が低下してしまうという問題がある。

本発明は、上記した問題点を解消し、ハニカム状成形体の貫通孔の端部隔壁に検材を緊密に密着させることにより微粒子の捕集効率が極めて高く、しかも耐熱性・耐酸化性にも優れた炭化ケイ素質ハニカム状フィルターの製造方法を提供する

法としては次のような方法がある。

まず、第1の方法として、阿素をガラスフリットのような低融点物質あるいは金属シリコン等を結合剤として用いて密着させる方法、第2の方法として、検材を粗大粒の炭化ケイ素粉末と微細な炭化ケイ素粉末とを混合して成形した後、2000℃以上の高温で焼成して製造する方法、あるいは、第3の方法として、特開明48-39515号公報で開示されている「炭化理素粉に炭素粉を加え又は加えずに炭素質バインダーを加えると共にこの炭素粉及び焼成時に生成されるバインダーからの遊離炭素と反応する珪酸塩の珪素質粉を添加して形成し、しかも後この成形体の炭素粉中で1800~2400℃に加熱して成形体中の炭素分を珪素化することと特徴とする均質多孔性再結晶炭化理素体の製造方法。」等が知られている。

(発明が解決しようとする課題)

しかしながら、第1の方法の場合には、ガラスフリットや金属シリコンは融点が1400℃程度

ことを目的とする。

[発明の構成]

(課題を解決するための手段)

本発明者は、上記目的を達成するため鋭意研究を重ねた結果、ハニカム状成形体と検材とを同時に焼結し、両者の焼結時における膨張量あるいは収縮量に差を設けることによりきわめて緊密に両者を接合することができ、しかも耐熱性・耐酸化性に優れた炭化ケイ素質ハニカム状フィルターを得ることができることを見出し本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明の炭化ケイ素質ハニカム状フィルターの製造方法は、平均粒径が1~200μmの炭化ケイ素粉末を主体とする出発原料を成形しハニカム状成形体を得る第1工程；前記ハニカム状成形体の所定の貫通孔の端部を、平均粒径が5μm以下で、かつ、粒径1μm以下の粒子が少なくとも30重量%含まれている炭化ケイ素粉末を主体とする出発原料からなる検材により目封止する第2工程；前記目封止したハニカム状成形

体を非酸化性雰囲気中で焼結せしめる第3工程：とからなることを特徴とする。

まず、第1工程におけるハニカム状成形体の出発原料の平均粒径は1~200 μ であることが必要である。これは、1 μ より小さい場合には、高い強度の焼結体を得ることができるが、焼結の際における粒成長が著しく、フィルターの目詰まりを所定の値に制御することが困難であるからであり、200 μ より大きい場合には、粒子相互の結合箇所が少なくハニカム状成形体の機械的強度が低くなるからである。また、前記酸化ケイ素粉末には、平均粒径の±20%以内の粉末が80重量%以上存在するような粒度分布を有するものが有利である。

なお、炭化ケイ素の結晶系には α 型、 β 型及び非晶質のものがあるが、そのいずれか、またはそれらの混合物のいずれを使用してもよい。なかでも、 β 型のものは、微粉末状で取得し易く、特に5 μ 以下のものを好適に取得することができ、しかも比較的低温で合成される低温安定型結晶で

焼結の際に炭化ケイ素結晶内に溶解され易いので、これらの元素が多量に含まれている場合、フィルターを特に高温の酸素雰囲気中で使用するとSiCがSiO₂となり、さらにこのSiO₂と上記元素の酸素化合物とが溶け合って低融点ガラスを生じ、その結果フィルターの耐酸化性が低下するからである。

しかしながら、A、B、Fの各元素の含有量をハニカム状成形体よりも検材の方が少なくなるとすれば、上記影響作用と相俟ってハニカム状成形体の膨張量を検材の膨張量よりもより抑えることができるか、あるいは、仮して検材の収縮量がハニカム状成形体の収縮量よりも小さくなるので、検材をハニカム状成形体の貫通孔端部に密着させることができる。

したがって、ハニカム状成形体中の不純物の含有率は、好ましくは、Aが0、B重量%以下、Bが0、3重量%以下、Fが0、8重量%以下で、かつそれらの合計が1重量%以下、さらに好ましくは、Aが0、5重量%以下、Bが0、2

あり、焼結に際し、その一部が4H、6Hあるいは18R型等の高温安定型の α 型結晶に相転移して板状結晶を形成し易く、また結晶の成長性にも傾いているから有利である。特に80重量%以上が β 型炭化ケイ素からなる出発原料を用いることにより本発明の目的とする多孔質体を好適に製造することができる。なかでも、70重量%以上の β 型炭化ケイ素を含有する出発原料を使用することが特に有利である。

また、炭化ケイ素を主体とする出発原料に含まれる不純物であるA、B元素及びF元素の含有率は、A、B元素及びF元素の含有率の合計が1重量%以下で、遊離炭素の含有率が5重量%以下であることが好ましい。その理由は、A、B、Fの各元素は成形体焼結時に、炭化ケイ素中に含まれる炭素、あるいは熱分解により分解して存在する炭素と反応すると成形体を収縮せしめる性質を有するので、あまり多量に含まれると焼結時に成形体が著しく収縮してしまうからである。また、A、B、Fの各元素は、

重量%以下、Fが0、8重量%以下で、かつそれらの合計が1重量%以下で、また、遊離炭素の含有率は5重量%以下が好ましい。

そして、例えば、アルミニウム、ホウ素、炭、炭素等の結晶成長助剤を必要により添加した後、メチルセルローズ、ポリビニルアルコール、水ガラス等の成形用結合剤を添加し、押出し成形、シート成形、プレス成形等の方法によりハニカム状の成形体を得る。

次に第2工程において検材を得るための出発原料として用いる炭化ケイ素粉末の平均粒径は、5 μ 以下であることが好ましい。出発原料の平均粒径はそれが小さいほど焼結時の粒成長を促進せしめるから、出発原料たる炭化ケイ素粉末の平均粒径をハニカム状成形体のそれよりも検材の方が小さくすれば、焼結時に、検材の膨張量をハニカム状成形体の膨張量よりもより大きくすることができ、あるいは、仮してA、B、Fの各元素の作用と相俟って検材の収縮量をハニカム状成形体の収縮量よりも小さくすることができるから

である。

また、前記炭化ケイ素粉末には、 1μ 以下の粒子が少なくとも30重量%以上含まれていることが好ましい。その理由は、焼結時に成形体を膨張させるには結晶の粗大化が不可欠であるが、結晶の粗大化は、結晶の一部の粒子が粗大化する結晶の核となり、その周囲の微細粒子を吸収して生じるものであるからである。したがって、微細粒子が少ないと結晶の成長度が少なくなるので、少なくとも30重量%以上、さらには50重量%以上含まれていることが好ましい。

さらに、不純物の各組成は、Aが0.8重量%以下、Bが0.3重量%以下、Fが0.8重量%以下、かつ、それらの含有率の合計が1重量%以下で、さらに上記ハニカム状成形体に含有されるこれらの元素よりも少ないことが好ましく、Aは0.3~0.8重量%、Bは0.03~0.3重量%、Fは0.4~0.8重量%の範囲の値を有していることがより好ましい。また、結晶成長の含有率は5重量%以下であることが好ま

しい。炭化ケイ素の占める割合を大きくすることが好ましい。

次に、第3工程として、かくして検材により封止されたハニカム状の生成形体を耐熱性の容器に入れて非酸化性雰囲気中で焼結する。

耐熱性の容器に入れて非酸化性雰囲気中で焼結するのは、炭化ケイ素粒子間における炭化ケイ素の蒸気-再凝縮および/または表面拡散による移動を促進させることができ、その結果、炭化ケイ素粒子の成長が促進されるからである。

生成形体を焼結するための耐熱性容器としては、黒鉛、炭化ケイ素、酸化ジルコニウム、酸化タンゲステン、酸化チタン、酸化マグネシウム、酸化モリブデン、モリブデン、酸化タンタル、タンタル、酸化ジルコニウム、黒鉛-炭化ケイ素複合体の中から選ばれられるいずれか1種からなる容器を使用することができる。これらの容器は後述する焼結温度範囲内で耐融することがなく、また、炭化ケイ素粒子の蒸気および/または分解生成物の系外への漏出を抑制できるからである。

しい。上記した如く、このような組成とすることにより焼結時における検材の膨張度をハニカム状成形体の膨張度よりも大きくできるか、検材の収縮度をハニカム状成形体の収縮度よりも小さくすることができるからである。

なお、この場合にβ型炭化ケイ素からなる出発原料を用いることが好ましいことは上記ハニカム状成形体と同様である。

そして、この検材を上記ハニカム状成形体の所定の貫通孔の端部に、ハニカム状成形体の端部を前記検材の組成を有するスラリー中に浸漬させたり、前記検材を可塑性を有するシート状に加工した後正入するなどして埋め込む。

なお、上記したハニカム状成形体と検材は、この段階で炭化ケイ素成分が両者とも、少なくとも40重量%以上占めていることが好ましい。その理由は、40重量%より小さいと強度的に優れたハニカム状フィルターを得ることが困難になるからである。ハニカム状成形体と検材とを十分に密着させるためにハニカム状成形体よりも検材の炭

焼結温度は2000~2500℃とすることが好ましい。その理由は、2000℃未満の場合には、粒子の成長が不十分で焼結が不完全となり、高強度の焼結体を得ることが困難になるためである。一方、2500℃を超えると、炭化ケイ素の結晶昇華分解が盛んになり、発達した結晶が逆にやせ細ってしまい、高強度の焼結体を得ることが困難であるからである。なかでも、2050~2300℃の範囲で焼結することがより好ましい。

(実施例)

実施例1

ハニカム状成形体の出発原料として使用した炭化ケイ素粉末は、98重量%がβ型結晶からなる炭化ケイ素であり、平均粒径が 2.5μ で、かつ、平均粒径の±20%以内の炭化ケイ素粉末が約70重量%存在しており、窒素炭素が0.30重量%、鉄が0.03重量%、アルミニウムが0.04重量%、ホウ素が0.01重量%含まれている。この原料100重量部に対し、メチルセ

ルコース10重量部、水15重量部を配合し、ニーダー中で5時間混合した。この混合物を濾過機で取り出し、ハニカムダイスによる押出成形法によりφ150mm、貫通孔が1.5mm×1.5mmの正方形で、隔壁の厚さが0.5mmのハニカム状成形体を得た。なおこのハニカム状成形体用の炭化ケイ素の占める割合は55重量%であった。

一方、検材は、出発原料として97重量%がβ型結晶からなる炭化ケイ素粉末で、平均粒径が0.25μm、1μm以下の粒子の含有量が95重量%、遊離炭素が0.28重量%、鉄が0.04重量%、アルミニウムが0.03重量%、ホウ素が0.01重量%である炭化ケイ素粉末100重量部にメチルセルロース5重量部、水20重量部を配合し、ニーダーで2-6時間混合した。この混合物を、1mm×150mmの押出ダイスにより平板を得て、これを前記ハニカム状成形体の端面の所定の場所に埋め込んで、貫通孔の一端を封止した。なおこの検材用の成形体の炭化ケイ素の占める割合は58重量%であった。

れた気密性を有していた。

実施例2

ハニカム状成形体の出発原料として、94重量%がβ型結晶からなる炭化ケイ素であり、平均粒径が0.5μmで、かつ、平均粒径の±20%以内の炭化ケイ素粉末が約70重量%存在しており、遊離炭素が0.29重量%、鉄が0.04重量%、アルミニウムが0.03重量%、ホウ素が炭化ケイ素粉末中に含まれている炭化ケイ素粉末を実施例1と同様にハニカムダイスによって押出し、実施例1と同様の形状を有するハニカム状成形体を得た。なおこのハニカム状成形体用の炭化ケイ素の占める割合は56重量%であった。

一方、検材は、出発原料として98重量%がβ型結晶からなる炭化ケイ素であり、平均粒径0.25μm、1μm以下の粒子の含有量が95重量%、遊離炭素が0.28重量%、鉄が0.04重量%、アルミニウムが0.03重量%、ホウ素が0.01重量%である炭化ケイ素粉末100重量部にメチルセルロース5重量部、水20重量部を

この成形体を厚鉛製ルツボに装入し、タンファン型焼成炉を使用して、1気圧の圧としてアルゴンガス雰囲気中で焼成した。

昇温過程は、昇温速度400℃/時間で1700℃まで昇温し、次いで昇温速度30℃/時間で最高温度2250℃まで昇温し最高温度で4時間保持した。

得られたハニカム状フィルターには、アルミニウムが0.03重量%、鉄が0.03重量%、ホウ素が0.001重量%以下含有されており、また遊離炭素は0.40重量%であった。

このハニカム状フィルターを1400℃、空流速52/minの炭化炉で加熱したところ、その100時間後の酸化増量は4.0%であり、外観に変化はなく、すぐれた耐酸化性を有していた。

また、前記封止された端面を水中にて空気で加圧したところ、ハニカム状成形体の隔壁の透気が0.3気圧より起るのに対し、隔壁と検材との接合部からのリークは0.80気圧から生じ、すぐ

配合し、ニーダーで25時間混合した。この混合物を、1mm×150mmの押出ダイスにより平板を得て、これを前記ハニカム状の成形体の端面の所定の場所に埋め込んで、貫通孔の一端を封止した。なおこの検材用の成形体の炭化ケイ素の占める割合は58重量%であった。

しかる後、これを厚鉛製ルツボに装入し、タンファン型焼成炉を使用して1気圧の圧としてアルゴンガス雰囲気中で焼成した。

昇温過程は、昇温速度400℃/時間で1700℃まで昇温し、次いで昇温速度30℃/時間で最高温度2250℃まで昇温し最高温度で4時間保持した。

実施例1と同様にこのハニカム状フィルターを評価したところ、耐酸化性は4.2%で、隔壁の透気が0.35気圧に対し接合部のリークは0.80気圧であった。

実施例3～5、比較例1～5

実施例2と同様であるが、検材の出発原料として平均粒径が0.32μmで、1μm以下の粒子

の含有量を50重量%とし、さらに性材の炭化ケイ素含有率が57容積%で、アルミニウム、鉄、ホウ素が表に示した如き含有率である炭化ケイ素粉末を使用した場合（実施例3）、ハニカム状成形体の出発原料として平均粒径8.6 μ mのものを使用し、成形体の炭化ケイ素含有率を46容積%とした場合（実施例4）、ハニカム状成形体および性材の出発原料として、アルミニウム、鉄、ホウ素が表に示した如き含有率である炭化ケイ素粉末を使用した場合（実施例5）、実施例2と同様であるが、性材の出発原料として平均粒径が4.3 μ mで、1 μ m以下の粒子の含有率が12容積%、炭化ケイ素含有率、アルミニウム、鉄、ホウ素、窒素炭素の含有率がそれぞれ表に示した如きの値である炭化ケイ素粉末を使用した場合（比較例1）、ハニカム状成形体の出発原料として、成形体の炭化ケイ素含有率を更に少なくした場合（比較例2）、焼結温度を1800 $^{\circ}$ Cとした場合（比較例3）、焼結温度を2550 $^{\circ}$ Cとした場合（比較例4）、実施例5のハニカム状成形体

および性材の出発原料を、ハニカム状成形体に使用した原料を性材の出発原料として、性材に使用した原料をハニカム状成形体の出発原料として取り替えて使用した場合（比較例5）のハニカム状フィルターの特性を表にまとめて示した。

表

	ハニカム状成形体							性材								
	平均粒径	炭化ケイ素粉末の炭化ケイ素含有率	アルミニウム含有率	鉄含有率	ホウ素含有率	アルミニウム・鉄・ホウ素のトータル含有率	炭素・炭素含有率	平均粒径	1μm以下の粒子含有率	焼結の炭化ケイ素含有率	アルミニウム含有率	鉄含有率	ホウ素含有率	アルミニウム・鉄・ホウ素のトータル含有率	炭素・炭素含有率	
	μm	容積%	重量%	重量%	重量%	重量%	重量%	μm	重量%	容積%	重量%	重量%	重量%	重量%	重量%	
実施例1	20	55	0.04	0.03	0.01	0.08	0.30	0.25	95	55	0.03	0.04	0.01	0.08	0.28	
実施例2	9.5	58	0.03	0.04	0.001以下	0.07	0.28	0.28	88	58	0.03	0.04	0.01	0.08	0.28	
実施例3	9.5	68	0.03	0.04	0.001以下	0.07	0.28	0.22	80	57	0.04	0.05	0.01	0.10	0.22	
実施例4	8.8	46	0.03	0.03	0.001以下	0.06	0.28	0.25	98	58	0.03	0.04	0.01	0.08	0.28	
実施例5	4.8	57	0.00	0.20	0.10	0.80	0.22	0.29	95	57	0.20	0.10	0.05	0.35	0.25	
比較例1	8.8	58	0.00	0.04	0.001以下	0.07	0.29	1.00	12	58	0.03	0.03	0.02	0.10	0.20	
比較例2	0.4	35	0.03	0.03	0.001以下	0.08	0.28	0.25	35	58	0.03	0.04	0.01	0.08	0.28	
比較例3	8.8	56	0.03	0.04	0.001以下	0.07	0.28	0.25	85	58	0.03	0.04	0.01	0.08	0.28	
比較例4	8.8	58	0.03	0.04	0.001以下	0.07	0.29	0.28	98	58	0.03	0.04	0.01	0.08	0.28	
比較例5	0.29	57	0.20	0.10	0.05	0.35	0.25	8.60	12	57	0.80	0.20	0.10	0.30	0.22	

表 (つづき)

	焼結条件		ハニカム状フィルター							外観変化	ハニカム状体からの脱離 の脱離圧力(水中)	脱離圧力(水中) の脱離圧力(水中)
	使用ルツボ	焼結温度	アルミニウム含有率	炭素含有率	ホウ素含有率	アルミニウム・炭・ホウ素の トータル含有率	脱離圧力(水中) %	1400℃ における酸化程度 %				
実施例 1	皿焼	2200	0.03	0.03	0.001 以下	0.06	0.40	4.0	変化無	0.30	0.50	
実施例 2	皿焼	2200	0.03	0.03	0.001 以下	0.06	0.40	4.2	変化無	0.33	0.50	
実施例 3	皿焼	2200	0.03	0.04	0.001 以下	0.08	0.41	4.0	変化無	0.35	0.50	
実施例 4	皿焼	2200	0.03	0.04	0.001 以下	0.07	0.38	4.7	変化無	0.28	0.38	
実施例 5	皿焼	2250	0.40	0.15	0.03	0.58	0.20	5.0	変化無	0.70	0.85	
比較例 1	皿焼	2200	0.00	0.04	0.01	0.05	0.82	3.0	変化無	0.35	0.50	
比較例 2	皿焼	2250	0.00	0.03	0.001 以下	0.03	0.85	4.2	粒子 脱落	0.10 (以下)	0.20	
比較例 3	皿焼	1800	0.03	0.04	0.01	0.08	0.80	10.0	収縮	1.20	1.10	
比較例 4	皿焼	2200	0.001 以下	0.001 以下	0.001 以下	0.001 以下	12.0	一時12.5%減 その後5.0%	粒子 脱落	0.10 (以下)	—	
比較例 5	皿焼	2250	0.40	0.12	0.03	0.55	0.21	5.0	変化無	0.65	0.85	

表より明らかなように、本発明のハニカム状フィルターは、耐酸化性に優れているとともに、クラックを生じるなどの外観変化がなく、気密性に優れていた。

【発明の効果】

本発明のハニカム状フィルターは、ハニカム状成形体と基材とをいっただて焼結時の膨張量または収縮量が異なるため、基材をハニカム状成形体の貫通孔の隔壁に密着させることができ、優れた気密性を有している。したがって、隔壁を通過しない排ガス等の脱出物がそのまま外側に脱出することがなく微粒子の捕集効率が極めて高い。

また、不純物の含有量が少ないため耐酸化性にも優れ、しかも封合剤を用いることなく両端を接合させているので耐熱性にも優れている。

特開平1-194918

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載
【部門区分】第2部門第1区分
【発行日】平成7年(1995)12月19日

【公開番号】特開平1-194918
【公開日】平成1年(1989)8月4日
【年通号数】公開特許公報1-1950
【出願番号】特願昭83-14851
【国際特許分類第6版】

B01D 39/20 D 9263-4D
C04B 38/00 303 Z 7351-4G
F01N 3/02

特 許 公 報

平成 7年 12月 19日

特許庁長官 高 島 孝 殿

1. 事件の表示

昭和63年特許国第14851号

2. 発明の名称

炭化ケイ素質ハニカム状フィルターの製造方法

3. 真正会する者

事件との関係 特許出願人

名 称 イビデン株式会社

4. 代理人

住 所 〒106 東京都港区虎ノ門1丁目3番1号
S V A X 〒8521

氏 名 伊藤士 (7800) 池 田 肇
TEL(0302)7812

5. 真正会者の住所

6. 補正により増加する請求項の数

7. 補正の数量

8. 補正の内容

特許請求の範囲

(1) 平均粒径が1~200 μ mの炭化ケイ素粉末を主体とする出発原料を成形しハニカム状成形体を得る第1工程；

前記ハニカム状成形体の前記の貫通孔の開口を、平均粒径が5 μ m以下で、かつ、粒径1 μ m以下の粒子が少なくとも30質量割合含まれている炭化ケイ素粉末を主体とする出発原料からなる材料により目止する第2工程；

前記目止したハニカム状成形体を非酸化性雰囲気中で焼成せしめる第3工程；

とからなることを特徴とする炭化ケイ素質ハニカム状フィルターの製造方法。

(2) 前記のハニカム状成形体及び材料中に炭化ケイ素が少なくとも40質量割合含まれており、更に前記の原料が2000~2500℃の温度で焼かれた粉末に由来する方法。